



(B) (11) KUULUTUSJULKAIKU
UTLAGGNINGSSKRIFT

87372

C (1) Patenttihakemus - Patentansökan
Patent application no 10 110 100
(51) Kv.1k.5 - Int.cl.5
D 21C 9/00, C 12S 3/04

S U O M I - F I N L A N D

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patenttihakemus - Patentansökan	891530
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag	30.03.89
(24) Alkupäivä - Löpdag	30.03.89
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	01.10.90
(44) Nähtäväksipanoni ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	15.09.92

(71) Hakija - Sökande

1. Genencor International Europe Oy, Kyllikinportti 2, 00240 Helsinki, (FI)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Jokinen, Olli, Rajakallio D, 02460 Kantvik, (FI)
2. Kettunen, Jukka, Avainimpunkatu 4 B, 26100 Rauma, (FI)
3. Lepo, Jarkko, Kanavakatu 31-33 C 29, 26100 Rauma, (FI)
4. Niemi, Tapio, 26720 Monnanummi, (FI)
5. Laine, Jaakko E., Adantpolku 11, 02460 Kantvik, (FI)

(74) Asiamies - Ombud: Oy Kolster Ab

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä revittävyydeltään parannetun fluffmassan valmistamiseksi
Förfarande för framställning av fluffmassa med förbättrad rivbarhet

(56) Viitejulkaisut - Anfördta publikationer

CA A 758488, FR B 2557894,
Tappi, vol. 67, nro 10, 1984, p. 31,33

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö koskee menetelmaa revittävyydeltään parannetun fluffmassan valmistamiseksi suorittamalla massalle entsyymikäsittely jossaakin massen valmistasproses-sin vaiheessa. Entsyyminkasittely suoritetaan edullisesti entsyymivalmisteella, joka sisältää sellulolyyttistä ja/tai hemicellulolyyttistä aktiivisuutta. Ent-syymikäsittely fluffmassa on erityisen käytökelipoista kertäkäytöisten hygie-niatuotteiden ja kuivaraianaustuotteiden valmistukseen.

Uppfinningen avser ett förfarande för framställning av fluffmassa med förbättrad rivbarhet genom att underkasta massan enzymbehandling i något skede av massens framställningsprocess. Enzymbehandlingen utförs företrädesvis medelst ett enzym-preparat, som innehåller cellulolytisk och/eller hemicellulolytisk aktivitet. Enzymbehandlad fluffmassa är speciellt användbar vid framställning av engångs-hygieniproducter och torrformade produkter.

Menetelmä revittävyydetään parannetun fluffmassan valmistamiseksi

Keksinnön kohteena on menetelmä parannettujen fluff-
5 eli revinnäismassojen valmistamiseksi. Lisäksi eksintö
koskee tämän parannetun fluffmassan käyttöä kertakäyttöis-
ten hygieniautteiden ja kuivaraistaustutteiden valmistuk-
seen.

Keksinnön mukaisesti fluffmassan revintäominaisuuks-
10 sia parannetaan entsyyymikäsittelyllä.

Fluff- eli revinnäismassoja valmistetaan maailmassa
noin 2,5 miljoonaa tonnia. Valmistukseen käytetään ainoastaan
15 pitkäkuituisia havupuita. Massoista yli 90 % on täysvalkaistuja kemiallisia selluja ja näistä yli 90 % sulfaatimassoja. CTMP-massojen (kemitermomekaanisten massojen)
osuuus on alle 10 %. Ne ovat yleensä peroksidivalkaistuja
vaaleuteen 70 - 80 % ISO. Myös TMP:tä (termomekaanista
massaa) ja hioketta on käytetty vähäisessä määrin fluff-
massana.

20 Kemiallisten fluffmassojen keitto ja valkaisu ei
mainittavasti poikkea paperimassojen valmistuksesta. CTMP-
massojen osalta freenestaso (suotautuvuus) on paperimassoja
selvästi korkeampi eli 500 - 700 ml CSF.

Fluffmassojen rainanmuodostus, märkäpuristus ja
25 kuivatus poikkeaa merkittävästi paperimassan valmistuksesta
ja nämä ovat lopputuotteen laadun sekä prosessoitavuuden
kannalta kriittisiä valmistusvaiheita. Yli 95 % fluffmas-
soista toimitetaan asiakkaalle rullina, joissa massan kos-
teus vaihtelee 5 ja 10 %:n välillä.

30 Fluffmassoja käytetään kertakäyttöisten hygienia-
tuotteiden, kuten lasten vaippojen, naisten kuukautissi-
teiden, pikkuhousunsuojen sekä aikuisvaippojen ja sairaa-
la-alustojen imukerrosten raaka-aineena sellaisenaan tai
35 yhdessä superabsorbenttien ja/tai synteettisten kuitujen
kanssa. Massoista yli 80 % käytetään lasten vaipoissa.

Fluffmassojen vaativin käyttösovellutus on ns. kui-

- varainaustuotteet, kuten kuivapaperit, joita käytetään esimerkiksi kattaustuotteissa, erilaisissa pyyhintäsovel-lutuksissa sekä kotitalouksissa, teollisuuspyyhkeissä ja sairaalatuotteissa. Näiden tuotteiden massantarve on maail-5 massa noin 70000 - 80000 t/a ja kasvu on yli 10 % vuodessa. Käytetty massa on 100-prosenttisesti kemiallista sellua. Osa näistä tuotteista on värjättyjä, jolloin joko sellu on värillistä tai värjäys suoritetaan kuivarainauksen yh-teydessä.
- 10 Sekä vaipanvalmistuksen että kuivarainauksen eräs oleellisimpia prosessivaiheita on massan (yleisinmin sellu tai CTMP) revintä. Revinnässä sellurata (1 - 3 rataa pää-lekkäin) johdetaan rullalta repijään, joka on yleisinmin ns. vasaramylly, mutta myös piikkimyllyjä ja levyjauhimia 15 käytetään. Joskus revintä voidaan suorittaa kahdessa vai-heessa esimerkiksi levyjauhin-vasaramylly-yhdistelmällä. Paalimassoja käytettäessä massa leikataan ensin suikaleik-si, jotka sitten syötetään repijään erillisen annostelijan kautta. Repijässä massarata joutuu pyörivän revintäelimen, 20 kuten vasaroiden ja vastaterien väliin, joka etäisyys on muutamia millimetriä. Tällä käsittelyllä massasta (joka sisältää kosteutta typpillisesti 7 %) pyritään irrottamaan puukuidut toisistaan mahdollisimman ehjinä. Revinnän "hy-vyyttä" voidaan mitata esimerkiksi kuitupituuden alenemi-25 sella, hienoaineeksen eli pölyn muodostumisella sekä hajoamattomien kappaleiden (kuitukimput, massapalat jne.) mää-rällä eli ns. nuppluvulla, sekä revintäenergialla. Hygie-niatuotteiden valmistuksessa käytetyt energiamääräät vaih-televat hyvin laajalla alueella, 80 - 250 MJ/t massaa.
- 30 Nuppluku vaihtelee hygieniatuotteissa typpillisesti 5 ja 30 %:n välillä, mitattuna SCAN-nupplukumittarilla (SCAN-CM 37:85). Sen sijaan kuivarainaustuotteissa vaaditaan lähes nupton tuote eli tason tätyy olla alle 1 %. Tavoitteena on saavuttaa mahdollisimman nupton tuote mahdolli-35 simman pienellä energiankulutuksella, mutta samalla kuidut ehjinä säilyttäen. Jos energiota käytetään liikaa, siitä

seuraa, paitsi taloudellista menetystä, haittoja kuten kuitupituuden lyhentymistä, pölyn muodostusta ja kuitujen sähköistymistä, mikä puolestaan heikentää tasaisen radan muodostumista.

- 5 Nuppuluku/revintäenergia-energiasuhde riippuu ensisijaisesti massanvalmistusprosessista sekä massaradan tai -arkin tiheydestä. Tyypillisesti sulfaattimassat ovat "kovempia", ts. vaativat enemmän energiaa kuin sulfiitti- tai CTMP-massat ja märkäpuristuksella tuotettu massaradan 10 tiheyden nosto lisää aina energiantarvetta.

Fluffmassan revittävyyttä (revintäenergia/nuppuluku) on yritytety parantaa kemiallisten ja CTMP-massojen tapauksessa käsittelemällä massa ennen kuivatusta ns. debonding-kemikaaleilla. Näillä on kuitenkin aina massan imuominaisuuksia heikentävä vaikutus, eivätkä useimmat hygieniatuotteiden valmistajat hyväksy niiden käyttöä, minkä vuoksi massanvalmistajat voivat turvautua debonding-käsittelyihin vain hyvin rajoitetusti.

- 15 Tehokkain tapa parantaa revittävyyttä on siis alentaa massaradan tiheyttä eli estää kuitujenvälisten vety- sidosten syntymistä. Tästä on kuitenkin aina seurauksena kuivatuskapasiteetin lasku, mikä merkitsee kannattavuuden heikkenemistä, koska useimmissa fluffmassatehtaissa nimenomaan kuivatus on kapasiteettia rajoittava tekijä.

20 25 Eräs ratkaisu fluffmassan revittävyyden parantamiseen on esitetty CA-julkaisussa I 206305. Tämän julkaisun mukaisesti kemiallista massaa käsitellään vesipitoisen lietteen muodossa kaasumaisella ammoniakilla paineen alaisena, jolloin saadaan revittävyyssominaisuksiltaan parantunut fluffmassa. Loppuotteella ilmoitetaan olevan myös parantuneet imuomaisuudet.

Kuitenkaan tunnetut menetelmät eivät tarjoa riittävää ratkaisua fluffmassan revittävyydessä esiintyviin ongelmiin.

- 30 35 Esimerkkejä entsyyymikäsittelystä massan valmistuksessa löytyy alan kirjallisuudesta. Esim. FR-patenttijul-

kaisussa nro 2557894 on kuvattu menetelmä sellumassan käsittelemiseksi ksylyanaasientsyymillä tarkoituksena jauhatusajan lyhentäminen. CA-patenttijulkaisu nro 758488 koskee menetelmää massan jauhatusominaisuksien parantamiseksi 5 sellulaasi/pektinaasi/lipaasi-entsyymikäsittelyllä. FR-patenttijulkaisu nro 2571738 puolestaan koskee menetelmää, jossa sellulaasikäsittelyn avulla saadaan massalle erikoismassan ominaisuudet. JP-patenttijulkaisu nro 60126395 koskee menetelmää parantaa jauhatusprosessia entsyymilisäyk-10 sellä.

JP-patenttijulkaisussa nro 59009299 on kuvattu menetelmä, jossa lisätään siistausprosessiin painomusteen poistamisen tehostamiseksi alkaalista sellulaasia yhdessä pinta-aktiivisen aineen kanssa.

15 JP-hakemusjulkaisu nro 63059494 koskee menetelmää uusiomassan valkoisuuden parantamiseksi alkaalisen sellulaasin avulla.

FR-patentihakemukseissa nro 8613208 on kuvattu menetelmä esimerkiksi kierrätysmassan ominaisuksien parantamiseksi sellulaasi/hemisellulaasi-käsittelyllä.

20 Entsyyvikäsittelyn soveltamista fluffmassan valmistukseen ei ole kuitenkaan alalla aikaisemmin kuvattu.

Esillä olevan keksinnön kohtena on fluffmassan revittävyysominaisuksien parantaminen entsyyvikäsittelyn 25 avulla. On havaittu, että entsyyvikäsittely ei vaikuta haitallisesti fluffmassan muihin tärkeisiin ominaisuuksiin, kuten kuitupituteen ja imuominaisuksiin. Revittävyysominaisuksien paraneminen merkitsee käytännössä sitä, että repimiseen tarvittava energiamäärä vähenee ja revityn mas-30 san nuppuluku vähenee.

Keksinnön mukaisella entsyyvikäsittelyllä saatu hyöty näkyy käytännössä siten, että 1) fluffmassojen kuivatuskapasiteettia voidaan lisätä oleellisesti, koska massan märkäpuristusta voidaan lisätä 35 revittävyyttä huonontamatta ja koska massan kuiva-aineepitoisuus ennen kuivatusta nousee lisätyn märkäpuristuksen

vaikutuksesta, ja/tai

2) märkäpuristus ja tiheystaso säilyttäen voidaan oleellisesti parantaa revittävyyttä, imuominaisuuksia kuitenkaan heikentämättä.

5 Entsyymikäsittely voidaan keksinnön mukaan suorittaa missä tahansa fluffmassan valmistusprosessin vaiheessa. Massa voidaan siten käsitellä entsyymillä joko ennen massan valkaisua, jonkin massan valkaisuvaiheen yhteydessä tai massan valkaisun jälkeen. Myös massan kuivatuksen yhteydessä joko ennen kuivatuskonetta tai itse kuivatuskoneella tapahtuva entsyymikäsittely on mahdollinen.

10 Kaikissa tapauksissa entsyymi muokkaa kuitujen ja mahdollisen hienoaineen pintaominaisuksia siten että si-toutuminen vähenee ja siten massan revittävyyssominaisuudet 15 paranevat.

Käytettävä entsyymi on edullisesti sellulaasi, hemisellulaasi tai näiden seos, ja sopivina entsyymituotteina voidaan mainita Multifect L250 ja Multifect K, jotka ovat kaupallisia valmisteita, valmistaja Suomen Sokeri Oy.

20 Entsyymikäsittelyn lämpötila voi olla alueella 10 - 90 °C, sopivimmin alueella 40 - 70 °C. Käsittelyaika riippuu entsyymiannostuksesta ja käsittelyolosuhteista ja se vaihtelee 10 minuutista vuorokauteen, sopivimmin käsittelyaika on 0,5 - 8 h. Entsyymikäsittely voidaan suorittaa joko mas-25 sasulpulle, jonka sakeus on 0,2 - 20 %, sopivimmin 2 - 12 %, tai rainatulle radalle, jonka kuiva-ainepitoisuus on 1 - 99 %, sopivimmin 20 - 50 % tai 80 - 95 %.

25 Kekkisinnön mukaisesti käytettävien eri entsyymilajien sopivat annostukset entsyymiaktiivisuksina ilmaistuna ovat 30 seuraavissa rajoissa (U = aktiivisuusyksikkö):

Sellulaasit:

suodatinpaperiaktiivisuus 0 - 20000 U/kg massaa

CMC-aktiivisuus 0 - 500000 U/kg massaa

Hemisellulaasit:

35 esim. ksylanaasi 0 - 2000000 U/kg massaa

mannanaasi 0 - 500000 U/kg massaa

- Suodatinpaperiaktiivisuuden määritys on kuvattu julkaisussa Ghose, T.K., Patnak, A.N., Bisaria, V.S., Symposium of Enzymatic Hydrolysis of Cellulose, Bailey, M., Enari T.M., Linko, M., Eds. (SITRA, Aulanko, Finland, 5 1975), 111 - 136; CMC (karboksimetyylizellulaasi)-aktiivisuuden määritys julkaisussa Mandels, M., Weber, J., Adv. Chem. Ser. 95 (1969) 391 - 413; ja ksylyanaasin määritys julkaisussa Khan, A.W., Tremblay, D., LeDuy, A., Enzyme Microb. Technol., 8 (1986) 373 - 377.
- 10 Mannanaasiaktiivisuus määritettiin seuraavasti: 1 ml:aan "Locust bean gum" -liuosta (0,5 %, Sigma No. G-0753, tehty 50-mM natriumsitraattipuskuriin, pH 5,3) lisättiin 1 ml samaan puskuriin sopivasti laimennettua entsyyymiä. Liuosta inkuboitiin 50 °C:ssa vesihautteessa 10 minuuttia. Reaktio lopetettiin lisäämällä 3 ml DNS-reagenssia ja väri kehitettiin keittämällä 5 minuuttia. AbsorbanSSI mitattiin 540 mn:n aallonpituuudella. Yksi entsyymiyksikkö (U) vapauttaa yhden mikromoolin pelkistäviä sokeita mannoosiksi laskettuna minuutissa määritysolosuhdeissa.
- 15 Keksintöä kuvataan seuraavassa lähemmin laboratorio-kokeisiin perustuvan suoritusesimerkin avulla.
- Esimerkki 1
- Kokeessa käytettiin fluffmassaa, joka oli valmistettu 25 kuusi/mänty-sekahakkeesta NS-AQ-menetelmällä (neutraalisulfitti-antrakinoni-menetelmä) ja valkaistu käyttäen O-D-E_o-D sekvenssiä (happi-klooridioksidi-hapella vahvistettu alkaliutto-klooridioksidi-sekvenssi), ja joka oli otettu tehtaalta valkaisun jälkeiseltä pesusuotimelta laboratorioon entsyyvikäsittelykokeita varten. Entsyyvikäsittely suoritettiin käyttäen seuraavia olosuhteita:
- | | |
|-----------|-------|
| lämpötila | 50 °C |
| pH | 5,0 |
| aika | 2 h |
| 35 sakeus | 3 % |

Käytetyt entsyympipreparaatit ja niiden aktiivisuudet ilmenevät taulukosta 1.

Taulukko 1

Käytetyt entsyympipreparaatit ja niiden aktiivisuudet

5

		Entsyyymi	
		Multifect L250	Multifect K
	CMC-akt. U/ml	2800	800
	Ksylanaasiakt. U/ml	500	5000
10	Suod.pap.akt. U/ml	110	40
	Mannanaasiakt. U/ml	90	190

Käytetyt entsyymiannostukset olivat 0 (= vertailu), ja 2 ja 5 l/1000 kg massan kuiva-ainetta (l/t), jolloin 15 lisättyt entsyytimäärät ilmoitettuna entsyymiyksikköinä kg:aa massan kuiva-ainetta kohti olivat seuraavat:

Taulukko 2
Lisättyt entsyyymimäärität kg:aa kohti massan kuiva-ainetta

Entsyymi	Annos (l/t)	CMC-akt. U/kg	Ksylanaasiakt. U/kg	Suod.pap.akt. U/kg	Mannanaasiakt. U/kg
Multifect L250	2	5600	1000	220	180
Multifect L250	5	14000	2500	550	450
Multifect K	2	1600	10000	80	380
Multifect K	5	4000	25000	200	950

Entsyymikäsittelyn/vertailukäsittelyn jälkeen massasta valmistettiin ns. fluff-arkkeja, joiden tavoiteneliöpaino oli 600 g/m^2 . Arkit tehtiin ns. isolla arkkimuotilla (= arkkimuotti malli KCL, mutta kooltaan isompi) ja valmis-
5 tuksen jälkeen ne puristettiin (paine 10 bar, aika 3 min) ja kuivattiin (ilmakuivatus: lämpötila 80°C , aika 8 h).

Kuivauksen jälkeen arkit ilmastoitiin ja testattiin eli fluffattiin ja mitattiin fluffatun massan ominaisuudet. Testaustulokset ovat taulukossa 3.

Taulukko 3
Arkien fluffaus (= revintä)-ominaisuudet

Entsyymi l/t	Energian kulutus MJ/t	Nuppuluku fluffauksessa g	Fluffatun massan absorp- tioaika mm	Fluffatun massan absorp- tioaika s
Vertailu 1	-	172	17	2,12
Vertailu 2	-	168	19	2,05
Vertailu 3	-	170	14	2,03
Multifect L250	2	134	8	2,00
" 5	5	123	19	1,87
Multifect K	2	145	8	2,01
" 5	5	130	12	1,98

Vertailukäsittelyt tehtiin kolmeen kertaan, jotta nähtäisiin koetulosten hajonta. Taulukon 3 tuloksista nähdään hyvin selvästi, että entsyymikäsittely parantaa massan fluffattavuutta eli sen revittävyyssominaisuksia (tarvit-
5 tava energiamäärä pienenee, samoin kuin nuppuluku). Entsyy-
mikäsittelyllä ei ollut vaikutusta fluffatun massan
muuhin tärkeisiin ominaisuuksiin (kuitupituus ja absorp-
tioaika).

Esimerkki 2

10 Toistettiin esimerkin 1 mukainen koe siten, että entsyymikäsittelylämpötila oli 45 °C ja valmistettujen fluffarkkien tiheys vakioitiin arvoon 540 kg/m³ neljänmassan ollessa 760 g/m². Muuten koejärjestelyt ja -olosuhteet olivat esimerkin 1 mukaiset. Lisätty entsyymimäärät on
15 esitetty taulukossa 4 ja testaustulokset taulukossa 5.

Taulukko 4

Lisätty entsyymimäärät kg:aa kohti massan kuiva-
ainetta

	Annos (l/t)	Entsyymi	
		Multifect L250	Multifect L250
	CMC-akt. U/kg	2800	5600
	Ksylanaasiakt. U/kg	500	1000
25	Suod.pap.akt. U/kg	110	220
	Mannanaasiakt. U/kg	90	180

Taulukko 5

Arkkien fluffaus (= revintä)-ominaisuudet

	Entsyymi	Annos l/t	Energian kulutus fluffauksessa	Nuppuluku fluf-fauksen jälkeen
			MJ/t	%
	-	-	173	17
35	Multifect L250 1,0	160		14
	Multifect L250 2,0	157		13

Taulukon 4 tuloksista havaitaan, että myös tässä tapauksessa entsyymikäsittely on parantunut massan fluffat-tavuutta eli revintäominaisuuksia.

Esimerkki 3

Esimerkissä 1 mainitulla NS-AQ-massalla tehtiin tehdasmittakaavainen entsyymikäsittelykoe. Laimennettu entsyymiliuos lisättiin massavirtaan valkaistun massan varastotornin jälkeisen pumpun imupuolelle. Olosuhteet entsyymikäsittelyssä olivat seuraavat:

- lämpötila 43 - 45 °C
- pH 4,5 - 5,0
- massan sakeus n. 3 %
- reaktioaika 1,5 h.

Keskimääräinen entsyymiannostus kokeen aikana oli 1,1 l/1 000 kg massan kuiva-ainetta, jolloin lisätty entsyymimäärä aktiivisuusyksikköinä kg:aa massan kuiva-ainetta (U/kg) kohti ilmenee taulukosta 6.

Taulukko 6

Lisätty entsyymimäärä entsyymiaktiivisuusyksikköinä kg:aa kohti massan kuiva-ainetta

Annos (l/t)	1,1
CMC-akt. U/kg	3 080
Ksylanaasiakt. U/kg	330
Suod.pap.akt. U/kg	121
Mannanaasiakt. U/kg	99

Entsyymikoe kesti 45 tuntia. Massan tiheys pidettiin vakiona ($0,56 \text{ kg/dm}^3$). Kokeen aikana seurattiin massan kivatuskoneen käyttäytymistä ja joka toisesta konerullasta tehtiin massalle esimerkissä 1 mainitut mittaukset. Lisäksi massan kuivatuskoneen käyttäytymistä seurattiin ja massan ominaisuuksia mitattiin 4 tuntia ennen kokeen alkamista ja 3 tuntia kokeen päätymisen jälkeen. Yhteenveto kokeen-tuloksista on esitetty taulukossa 7.

Taulukosta nähdään selvästi, että myös tehdasmitt-takaavassa massan käsittely sellulolyyttisillä ja hemisel-

lulolyytisillä entsyymeillä on parantanut NS-AQ-massan fluffattavuutta eli revintäominaisuksia.

Taulukko 7

5 Entsyyymikäsittelyn (Multifect L 250) vaikutus kuvatuskoneen nopeuteen ja massan revintäominaisuksiin NS-AQ-revinnäismassan valmistuksessa, sekä entsyyymikäsittelykoe etä vertailukoe tehtiin vakiotiheydessä (560 kg/m³).

		Vertailu	Multifect L 250
10	Annos, l/t	-	1,1
Kuivatuskone:			
	- Märkäpuristus, kN/m	92	85
15	- Koneen nopeus, m/min	<85	92
	- Tuotanto, t/h	18	>20
	- Puhkaisulujuus, kPa	>1 500	<1 200
Revintäominaisuudet:			
20	- Energian kulutus, MJ/t	220	200-205
	- Nuppupitoisuus, %	12	7
	- Bulkki, cm ³ /g	20,5	21,0
	- vanhentamisen		
	jälkeen	21,5	22,0
	- Absorptioaika, s	2,7	2,8
25	- vanhentamisen		
	jälkeen	3,1	3,2
	- Absorptiokapasiteetti, g/g	11,0	11,3
	- vanhentamisen		
	jälkeen	11,1	11,6
30	<u>Esimerkki 4</u>		

Kokeessa käytettiin puumassaa, joka oli valmistettu kuusi/mänty-sekahakkeesta sulfaattimenetelmällä ja valkaistu käyttäen O-C+D-E-O-D-E-D-sekvenssiä (happi-kloorin ja klooridioksidiin seos-alkaliuutto-happi-klooridioksidi-alkaliuutto-klooridioksidi) ja otettu tehtaalta kuivatus-

konetta edeltävästä varastosäiliöstä laboratorioon entsyy-mikäsittelykokeita varten. Entsyyymikäsittely tehtiin käyt-täen seuraavia olosuhteita:

- lämpötila 50 °C
- pH 5,0
- reaktioaika 1 h
- massan sakeus 3 %

5 Käytetyt entsyympreparaatit ja niiden aktiivisuudet ilmenevät taulukosta 8.

10 Taulukko 8.

Käytetyt entsyympreparaatit ja niiden aktiivisuudet

	Multifect L250	Multifect L250/ Multifect K
--	----------------	--------------------------------

CMC-akt. U/ml	2 800	1 800
Ksylanaasiakt. U/ml	500	2 750
Suod.pap.akt. U/ml	110	75
Mannanaasiakt. U/ml	90	140

15 Käytetyt entsyyymiannostukset olivat 0 (= vertailu) ja 1, 2 ja 4 1/1 000 kg massan kuiva-ainetta (l/t), jolloin lisättyt entsyyymimäärät ilmoitettuna entsyyymiaktiivi-suusyksikkönä kg:aa massan kuiva-ainetta kohti ilmenevät taulukosta 9.

20 Entsyyymikäsittelyn/vertailukäsittelyn jälkeen mas-sasta valmistettiin ns. fluff-arkkeja samalla tavalla kuin esimerkissä 1 ja arkit testattiin esimerkissä 1 mainitulla tavalla. Testaustulokset ovat taulukossa 10.

25 Entsyyymikäsittely parantaa myös sulfaattimassan revittävyysominaisuuksia eli revintäään tarvittavan energian määrä pienenee, samoin massan nuppupitoisuus.

Taulukko 9

Lisättyt entsyymimääärät entsyymiäktiivisuukseissa kg:aa massaan kuiva-ainetta kohti.

Entsyymi	Annos 1/t	CMC-akt. U/kg	Ksyl.akt. U/kg	Suod.pap.akt. U/kg	Mann.akt. U/kg
Multifect L250	1	2 800	500	110	90
	2	5 600	1 000	220	180
	4	11 200	2 000	440	360
Multifect L250/Multifect K	1	1 800	2 750	75	140
	2	3 600	5 500	150	280
	4	7 200	11 000	300	560

Taulukko 10
Entsyymillä käsitellystä sulfaattimassasta valmistettujen arkkiien fluffaus (=revintä-)ominaisuudet

Entsyymi	Annos l/t	Revintäenergian kulutus, MJ/t	Revityn massan nuppupit., %	Revityn massan absorptio- aika, s
Vertailu	-	139	12	4,2
Multifect L250	1	130	10	3,9
"	2	121	12	4,4
"	4	117	9	4,9
Multifect L250/Multifect K	1	126	10	3,9
"	2	124	9	4,0
"	4	116	9	4,8

Esimerkki 5

Tehtiin esimerkin 1 mukainen koe käyttäen kuusihakkeesta valmistettua ja O-D-E_oP-D-sekvenssillä (happiklooridioksidi-hapella vahvistettu alkaliutto + peroksiidi - klooridioksidi) valkaistua ns. bisulfiitti-soodamassaa.

5 Entsyymikokeita varten massa otettiin tehtaalta valkaisun jälkeiseltä pesurilta. Koejärjestelyt ja olosuhteet olivat esimerkin 1 mukaiset, sillä erolla, että nyt käytettiin 1 h:n reaktioaikaa esimerkissä 1 mainitun 2 h:n 10 asemesta. Lisätyt entsyymimäärit on esitetty taulukossa 11 ja testaustulokset taulukossa 12.

Taulukko 11

Lisätyt entsyymimäärit (Multifect L250) entsyymi-aktiivisuuksina kg:aa kohti massan kuiva-ainetta

15	Annos, 1/t	1	2	4
	CMC-akt., U/kg	2 800	5 600	11 200
	Ksylanaasiakt., U/kg	500	1 000	2 000
	Suod.pap.akt., U/kg	110	220	440
	Mannanaasiakt., U/kg	90	180	360

20

Taulukko 12

Arkkien revintäominaisuudet

Entsyymi	Annos 1/t	Revintäenergian kulutus, MJ/t	Revityn massan nuppuit., %
Vertailu	-	100	1
Multifect L250	1	96	0
"	2	96	0
"	4	86	0

30 Taulukosta 12 havaitaan, että entsyymikäsittely parantaa myös bisulfiitti-sooda-massan revintäominaisuuksesta.

Patenttivaatimuksset

1. Menetelmä revittävyydeltään parannetun fluffmassan valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että fluffmassan valmistusprosessin aikana massalle suoritetaan entsyyymikäsittely.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että fluffmassa on kemiallista massaa tai kemitermomekaanista massaa, termomekaanista massaa tai hioketta.
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että massa on valkaisematon massaa.
4. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että massa on valkaistua massaa.
5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että entsyyymikäsittely suoritetaan ennen massan valkaisua.
6. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että entsyyymikäsittely suoritetaan jonkin massan valkaisuvaiheen yhteydessä.
7. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että entsyyymikäsittely suoritetaan massan valkaisun jälkeen.
8. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että entsyyymikäsittely suoritetaan massan kuivatuksen yhteydessä.
9. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että entsyyymikäsittely suoritetaan käyttää entsyyymivalmistetta, joka sisältää sellulolyyttistä aktiivisuutta ja/tai hemisellulolyyttistä aktiivisuutta.
10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että entsyyymivalmistetta lisätään määäränä, joka vastaa 0 - 10000 yksikköä sellulolyyttistä aktiivisuutta suodatinpaperiaktiivisuutena ilmaistuna, 0 - 35 200000 yksikköä sellulolyyttistä aktiivisuutta CMCaasi-

aktiivisuutena ilmaistuna, 0 - 2000000 yksikköä hemisellulolyyttistä aktiivisuutta ksylyanaasiaktiivisuutena ilmaistuna ja/tai 0 - 500000 yksikköä hemisellulolyyttistä aktiivisuutta mannanaasiaktiivisuutena ilmaistuna, kg:aa kohti

5 massan kuiva-ainetta.

11. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, t u n e t t u siitä, että entsyymivalmistetta lisätään määäränä, joka vastaa noin 20 - 600 yksikköä sellulolyyttistä aktiivisuutta suodatinpaperiaktiivisuutena ilmaistuna, noin 10 500 - 10000 yksikköä sellulolyyttistä aktiivisuutta CMC-aasi-aktiivisuutena ilmaistuna, noin 500 - 100000 yksikköä hemisellulolyyttistä aktiivisuutta ksylyanaasiaktiivi-suutena ilmaistuna, ja/tai noin 50 - 10000 yksikköä hemi-sellulolyyttistä aktiivisuutta mannanaasiaktiivisuutena il-15 maistuna, kg:aa kohti massan kuiva-ainetta.

12. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 11 mukaisella menetelmällä valmistetun fluffmassan käyttö kertakäytöisten hygieniautotteiden valmistukseen.

13. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 11 mukaisella 20 menetelmällä valmistetun fluffmassan käyttö kuivarainaustuotteiden valmistukseen.

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av fluffmassa med förbättrad rivbarhet, kännetecknadt därav, att massan underkastas enzymbehandling under fluffmassans framställningsprocess.
 2. Förfarande enligt patentkravet 1, kännetecknadt därav, att fluffmassan utgörs av kemisk massa eller kemitermomekanisk massa, termomekanisk massa eller slipmassa.
 3. Förfarande enligt patentkravet 2, kännetecknadt därav, att massan utgörs av oblekt massa.
 4. Förfarande enligt patentkravet 2, kännetecknadt därav, att massan utgörs av blekt massa.
5. Förfarande enligt patentkravet 4, kännetecknadt därav, att enzymbehandlingen utförs före blekning av massan.
10. Förfarande enligt patentkravet 4, kännetecknadt därav, att enzymbehandlingen utförs i samband med något blekningssteg av massan.
20. Förfarande enligt patentkravet 4, kännetecknadt därav, att enzymbehandlingen utförs efter blekning av massan.
25. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, kännetecknadt därav, att enzymbehandlingen utförs i samband med torkning av massan.
30. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, kännetecknadt därav, att enzymbehandlingen utförs genom att använda ett enzympreparat, som innehåller cellulolytisk aktivitet och/eller hemicellulolytisk aktivitet.
35. Förfarande enligt patentkravet 9, kännetecknadt därav, att enzympreparatet tillsätts i en mängd, som motsvarar 0 - 10000 enheter cellulolytisk aktivitet uttryckt som filterpapperaktivitet, 0 - 200000

enheter cellulolytisk aktivitet uttryckt som CMCas-aktivitet, 0 - 2000000 enheter hemicellulolytisk aktivitet uttryckt som xylanasaktivitet och/eller 0 - 500000 enheter hemicellulolytisk aktivitet uttryckt som mannanasaktivitet, per kg torrsubstans i massan.

11. Förfarande enligt patentkravet 9, kännetecknande därav, att enzympreparat tillsätts i en mängd, som motsvarar cirka 20 - 600 enheter cellulolytisk aktivitet uttryckt som filterpapperaktivitet, cirka 500 - 10000 enheter cellulolytisk aktivitet uttryckt som CMCas-aktivitet, cirka 500 - 100000 enheter hemicellulolytisk aktivitet uttryckt som xylanasaktivitet, och/eller cirka 50 - 10000 enheter hemicellulolytisk aktivitet uttryckt som mannanasaktivitet, per kg torrsubstans i massan.

12. Användning av fluffmassan framställd medelst ett förfarande enligt något av patentkraven 1 - 11 för framställning av engångshygieniprodukter.

13. Användning av fluffmassan framställd medelst ett förfarande enligt något av patentkraven 1 - 11 för framställning av torrformade produkter.

TRANSLATION OF ABSTRACT FOR FI87372

Abstract

Fluff pulp with improved defibration properties is produced by exposing the pulp to an enzyme treatment at any stage during the pulp production process. The enzyme treatment may be carried out using an enzyme preparation containing cellulolytic and/or hemicellulolytic activity. The enzyme treated fluff pulp is useful in the manufacture of disposable hygiene products and air-laid products.